

DERWENT-ACC-NO: 1984-006440  
DERWENT-WEEK: 198402  
COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Reprocessing used motor oil - distilled and cracked by microwave heating, avoiding solids deposition on heat transfer surfaces

INVENTOR: STEIXNER, F

PATENT-ASSIGNEE: RIVI ESTAB[RIVIN]

PRIORITY-DATA: 1982DE-3224114 (June 29, 1982) , 1982DE-3242298  
(November 16,  
1982)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
DE 3224114 A	December 29, 1983	N/A	014	N/A

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
DE 3224114A	N/A	1982DE-3224114	June 29, 1982

INT-CL\_(IPC): B01B001/00; C10G015/08 ; C10M011/00 ; H05B006/64

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 3224114A

BASIC-ABSTRACT: Specific claims are for process and appts. for cracking of used motor vehicle engine oil by heating to 350-700 (pref. 400-600) deg.C, using microwaves.

Initial heating of the used oil, e.g. to 300 deg.C can be conventional, by heat exchanger or heating rods. Microwave heating can be assisted by recycle of some of the heated oil. The microwave frequency can be that appropriate for heating aq. media. Solids can be allowed to deposit from the body of the liq. being heated, and then collected. The used oil cracks on heating to distn. point: no added catalyst is needed.

Heating is not disturbed by carbonaceous deposits on heat transfer surfaces. The hydrocarbons obtd. by cracking used oil can be used e.g. as fuels.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/2

TITLE-TERMS:

REPROCESSING MOTOR OIL DISTIL CRACK MICROWAVE HEAT AVOID  
SOLID DEPOSIT HEAT  
TRANSFER SURFACE

DERWENT-CLASS: H07 X25

CPI-CODES: H07-H;

EPI-CODES: X25-B02B; X25-H09;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1984-002607

Non-CPI Secondary Accession Numbers: N1984-004688

⑬ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ Off nl gungsschrift  
⑪ DE 32 24 114 A 1

⑳ Aktenzeichen: P 32 24 114.3  
㉑ Anm ldetag: 29. 6. 82  
㉒ Offenlegungstag: 29. 12. 83

⑤① Int. Cl. 3:  
H 05 B 6/64  
B 01 B 1/00  
C 10 G 15/08  
C 10 M 11/00

DE 32 24 114 A 1

⑦① Anmelder:  
Rivi Establishment, 9490 Vaduz, LI

⑦④ Vertreter:  
Ruff, M., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Beier, J., Dipl.-Ing.;  
Schöndorf, J., Dipl.-Phys., Pat.-Anw., 7000 Stuttgart

⑦② Erfinder:  
Steixner, Fritz, 7000 Stuttgart, DE

⑤⑥ Recherchenergebnisse nach § 43 Abs. 1 PatG:

DE-AS 30 19 720  
DE-AS 26 28 763  
DE-AS 25 22 659  
DE-AS 25 07 270  
DE-AS 24 08 240  
DE-AS 23 58 068  
DE-AS 19 17 357  
DE-AS 15 94 531  
DE-OS 21 54 201  
DE-GM 72 45 080  
DD 1 316  
FR 22 81 159  
GB 15 85 356  
US 42 79 722  
US 41 90 718  
US 41 53 533  
US 40 65 361  
US 38 16 689  
US 38 12 315  
US 36 63 394  
US 33 07 010  
CA 11 08 081

Behördenvermerk

US-Z: Chemical Abstracts 1975, Vol.82, No.30,  
Ref. 173416 m;

⑤④ Verfahren zum Erwärmen von Flüssigkeiten mit dabei zur Bildung von Ablagerungen neigenden Bestandteilen

Flüssigkeiten, die beim herkömmlichen Erwärmen zur Bildung von unerwünschten Ablagerungen neigen, werden durch Mikrowellen erhitzt, wodurch eine solche Ablagerungstendenz vermieden wird. Besonders geeignet ist diese Erhitzungsart zur Aufarbeitung von Altöl im Wege einer Crackreaktion. Das Verfahren kann in kleinem Maßstab wirtschaftlich durchgeführt werden.  
(32 24 114)

29.06.82

3224114

PATENTANWÄLTE RUFF UND BEIER STUTTGART

Dipl.-Chem. Dr. Ruff  
Dipl.-Ing. J. Beier  
Dipl.-Phys. Schöndorf

Neckarstraße 50  
D-7000 Stuttgart 1  
Tel.: (0711) 227051\*  
Telex 07-23412 erub d

28. Juni 1982 R/S

Anmelder: RIVI Establishment  
Hauptstraße 22  
FL-9490 Vaduz (Liechtenstein)

A 19 745

A 19 756

Verfahren zum Erwärmen von Flüssigkeiten mit dabei zur Bildung  
von Ablagerungen neigenden Bestandteilen.

#### Patentansprüche

- ① Verfahren zum Erwärmen von Flüssigkeiten mit dabei zur Bildung  
von Ablagerungen neigenden Bestandteilen, dadurch gekennzeichnet,  
daß das Erwärmen mit Hilfe von Mikrowellen vorgenommen  
wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die  
Flüssigkeiten während des Erhitzens bewegt, insbesondere in  
Rohrleitungen geführt werden.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet,  
daß die Flüssigkeiten allmählich aufgeheizt, insbesondere in  
Fließrichtung mehrfach nacheinander der Einwirkung von Mikro-  
wellen ausgesetzt werden.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeiten mindestens zum Teil im Kreislauf zur weiteren Erhitzung rückgeführt werden.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß im Anschluß an die Erwärmung bzw. Teil-erwärmung, insbesondere innerhalb des Kreislaufs, eine Ab-scheidung von Feststoffen vorgenommen wird.
6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß eine Flüssigkeit erwärmt wird, die über-wiegend aus Öl, insbesondere aus Altöl, besteht.
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeiten mindestens teilweise destilliert werden.
8. Verfahren nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Öl zur Gewinnung von niedriger siedenden Flüssig-keiten mindestens teilweise gecrackt wird.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 8, dadurch ge-kennzeichnet, daß das Öl zum Cracken auf Temperaturen von 350 bis 700° C, insbesondere 400 bis 600° C, erhitzt wird.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 9, dadurch ge-kennzeichnet, daß das Cracken des Altöls ohne besonderen Zusatz von Katalysatoren erfolgt.
11. Verwendung von Mikrowellen zum Destillieren von Öl, insbe-sondere zum Cracken von Altöl.

12. Verwendung nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß Mikrowellen mit dem für die Erhitzung von wässrigen Medien vorgesehenen Wellenbereich eingesetzt werden.
13. Vorrichtung zum Erhitzen von Flüssigkeiten mit zur Bildung von Ablagerungen neigenden Bestandteilen, insbesondere zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß sie mindestens eine mit der Flüssigkeit durchströmbare Leitung (1) aufweist, der mindestens ein, vorzugsweise mehrere Mikrowellenkraftpakete (2) zugeordnet sind.
14. Vorrichtung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Mikrowellenkraftpakete (2) die Leitung (1) zangenartig umfassen.
15. Vorrichtung nach Anspruch 13 oder 14, dadurch gekennzeichnet, daß die, vorzugsweise als Rohr mit kreisförmigem Querschnitt ausgebildete Leitung (1) mit Steigung zur Horizontalen angeordnet ist, vorzugsweise im wesentlichen senkrecht steht.
16. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 13 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß mehrere Kraftpakete (2) auf der Leitung (1) in Strömungsrichtung hintereinander angeordnet sind.
17. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 13 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß der Leitung (1) ein Vorwärmer (5) mit konventioneller Heizung, insbesondere Heizpatronen, vorgeschaltet ist.
18. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 13 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß die Leitung (1) im Betrieb vollständig mit dem zu erhitzenden Medium gefüllt ist.

DE 34 11 4

3224114

PATENTANWÄLTE **RUFF UND BEIER** STUTTGART

Dipl.-Chem. Dr. Ruff  
Dipl.-Ing. J. Beier  
Dipl.-Phys. Schöndorf

- 4 -

Neckarstraß 50  
D-7000 Stuttgart 1  
Tel.: (0711) 227051\*  
Telex 07-23412 erub d

28. Juni 1982 R/S

Anmelder: RIVI Establishment  
Hauptstraße 22  
FL-9490 Vaduz (Liechtenstein)

A 19 745

A 19 756

Verfahren zum Erwärmen von Flüssigkeiten mit dabei zur Bildung von Ablagerungen neigenden Bestandteilen.

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Erwärmen von Flüssigkeiten mit dabei zur Bildung von Ablagerungen neigenden Bestandteilen.

Die Erhitzung von Flüssigkeiten erfolgt in der Regel mit Hilfe von Heizpatronen bzw. Wärmeaustauschern. Hier treten Probleme auf, wenn die Flüssigkeiten Bestandteile enthalten, die zur Bildung von Ablagerungen neigen, da sich diese Ablagerungen vorzugsweise an den zur Wärmeübertragungen dienenden Flächen absetzen. Dies führt zu einer Verschlechterung der Wärmeübertragung und kann außerdem zu einer Verminderung des Durchflußquerschnittes bis zur völligen Verstopfung führen.

So haben sich bei Versuchen zur Wiederaufarbeitung von Altöl aus Kraftfahrzeugen durch eine crackende Destillation Schwierigkeiten ergeben.

rigkeiten infolge von bitumen- und kohleartigen Ablagerungen an den Heizstäben ergeben, die in das aufzuarbeitende Altöl ragen. Derartige Ablagerungen zwingen zu einer häufig wiederkehrenden Unterbrechung der Crackreaktion, worunter die Wirtschaftlichkeit einer solchen Aufarbeitung leidet.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zum Erwärmen von solchen Flüssigkeiten zu schaffen, bei dem störende Ablagerungen, insbesondere Verkrustungen, vermieden werden.

Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, daß das Erwärmen mit Hilfe von Mikrowellen vorgenommen wird. Es hat sich überraschenderweise gezeigt, daß bei einer Erwärmung mit Hilfe von Mikrowellen unerwünschte Ablagerungen vermieden werden können und zwar auch dann, wenn es infolge der Erhitzung des Mediums zur verstärkten Bildung bzw. Ausfällung von Feststoffen kommt. Außerdem ist die Erhitzung mit Hilfe von Mikrowellen ohne eine Verengung des Durchflußquerschnittes möglich. Die Erwärmung der Flüssigkeiten erfolgt vorzugsweise während sich die Flüssigkeiten bewegen, insbesondere in Rohren geführt werden. Dabei ist ein Führen der Flüssigkeiten in den Rohren ohne freie Flüssigkeitsoberfläche bevorzugt. Die Flüssigkeiten können mit Vorteil allmählich aufgeheizt werden, insbesondere indem sie in Fließrichtung mehrfach nacheinander der Einwirkung von Mikrowellen ausgesetzt werden. Hierbei kann ein ausreichend hohes Temperaturniveau auch dadurch begünstigt werden, daß mindestens ein Teil der Flüssigkeit zur weiteren Erhitzung rückgeführt wird. Auch ist ein Vorheizen der Flüssigkeiten auf konventionelle Art bis zu einer Temperatur, bei der die gefürchteten Ablagerungen noch nicht auftreten, möglich. Bereits vorhandene oder infolge des Erwärmens abgeschiedene Feststoffe werden, soweit sie



A 19 745

- 6 -

die weitere Behandlung der Flüssigkeit stören, im Anschluß an das Erwärmen und/oder innerhalb des Rückführungskreislaufes abgeschieden.

Die Erhitzungsdauer und die Erhitzungstemperatur richten sich nach der Art der Behandlung der Flüssigkeit. Die Erhitzung kann zum Zwecke der Durchführung von Reaktionen und/oder zur Destillation bzw. Fraktionierung durchgeführt werden.

Besonders geeignet ist die erfindungsgemäße Erwärmungsart für die Aufarbeitung von Öl zur Gewinnung von Brenn- und Treibstoffen. Hierbei hat die Aufarbeitung von Altöl besondere wirtschaftliche und umweltschonende Bedeutung. Durch die Erfindung ist es möglich geworden, handliche und insbesondere fahrbare Kleinanlagen zur Wiederaufarbeitung von Altöl zu erstellen, die kostengünstig und wartungsfreundlich sind und somit eine Aufarbeitung auch von kleineren Mengen an Altöl ermöglichen. So können Firmen und Behörden mit größeren Fuhrparks, Fuhrunternehmen, Autowerkstätten, Tankstellen u. dgl. eine selbständige Aufbereitungsanlage betreiben und die durch crackende Destillation erhaltenen Kohlenwasserstoffe beispielsweise für Heizzwecke verwenden.

Es ist Überraschend, daß Altöl mit Hilfe von Mikrowellen ohne Schwierigkeiten bis auf Cracktemperatur erhitzt werden kann. Die Aufarbeitungstemperatur des Altöls liegt zweckmäßigerweise im Bereich von 350 bis 700° C, insbesondere im Bereich von 400 bis 600° C. Sie kann jedoch auch darüber liegen. Es hat sich weiterhin Überraschend gezeigt, daß bei diesen relativ niedrigen Temperaturen des Cracken des Altöls ohne besonderen Zusatz von Katalysatoren möglich ist, auch wenn solche zugesetzt werden

können. Altöl stellt an sich ein schlecht zu definierendes Gemisch dar, das auch noch gewisse Anteile an Benzin enthält und häufig noch mit Wasser, Batteriesäure u. dgl. verunreinigt ist, weil beim Auffangen des Altöls in der Regel kein  
5 besonderer Wert auf Reinhaltung gelegt wird. Möglicherweise enthält Altöl aufgrund seiner Zusammensetzung selbst schon katalytisch wirkende Bestandteile, die ein wirksames Cracken bei den relativ niedrigen Temperaturen ermöglichen.

Gegenstand der Erfindung ist weiterhin eine Vorrichtung zur  
10 Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens, insbesondere eine Vorrichtung zum Aufarbeiten von Altöl. Zur Erhitzung des flüssigen Mediums sind vorzugsweise aufrechtstehende Rohre vorgesehen, denen mindestens ein sog. Mikrowellenkraft-  
15 paket, vorzugsweise mehrere in verschiedenen Höhen, zugeordnet sind. Derartige Mikrowellenkraftpakete, wie sie beispielsweise von der Firma GIGATHERM, Heiden, St. Gallen, Schweiz vertrieben werden, ermöglichen einen konzentrierten Durchtritt der Mikrowellen durch die Rohre quer zur Durch-  
20 strömungsrichtung der Flüssigkeit. Die Rohre bestehen vorzugsweise aus Oxidkeramik, können jedoch auch aus anderen für Mikrowellenerwärmung geeigneten Materialien bestehen. So ist beispielsweise in einem vertikalen Rohr, dem fünf Mikrowellenkraftpakete zugeordnet sind, eine Erhitzung des  
25 Altöls von 300 auf 600° C möglich, wobei die Vorwärmung bis auf 300° C mit üblichen Heizstäben erfolgen kann, da bis zu diesen Temperaturen Ablagerungen nicht auftreten. Das auf 600° C erhitzte Altöl, das vorzugsweise drucklos gehalten wird, geht unter gleichzeitiger Aufspaltung der höher sie-  
30 denden Bestandteile in die Dampfform über und es kann dann nach Abscheidung mitgeführter Feststoffe und sonstiger Verschmutzungen durch fraktionierte Kühlung bzw. Destillation ein ge-  
cracktes Produkt gewonnen und aufgetrennt werden.

Gegenstand der Erfindung ist weiterhin die Verwendung von Mikrowellen zum Erhitzen von Öl, insbesondere Altöl, und dessen Wiederaufbereitung durch Destillieren und Cracken. Dabei können Mikrowellen verwendet werden, die in den üblichen Wellenbereichen liegen, sogar solche, die zum Erhitzen von Gegenständen auf wässriger Basis eingesetzt werden.

Weitere Merkmale der Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung von bevorzugten Ausführungsformen in Verbindung mit der Zeichnung und den Ansprüchen. In der Zeichnung zeigen:

Fig. 1 eine schematische Darstellung einer Vorrichtung zum Cracken von Altöl und

Fig. 2 ein Fließschema, das die weitere Aufarbeitung und Gewinnung des gecrackten Produktes zeigt.

Die in der Zeichnung dargestellte Ausführungsform ist eine Kleinanlage zum Cracken von altem Motorenöl von Kraftfahrzeugen. Die Anlage weist ein Crackrohr 1 auf, das einen Innendurchmesser von etwa 100 mm und eine Höhe von ca. 1300 mm besitzt. Das Crackrohr 1 besteht aus Oxidkeramik, insbesondere auf der Basis von Aluminiumoxid. Entlang des Crackrohres 1 sind übereinander fünf Kraftpakete 2 zur Erzeugung von Mikrowellen angeordnet. Jedes Kraftpaket hat eine Leistung von 1,2 KW und arbeitet mit einer Frequenz von 2,49 Giga-Hertz. Damit ist eine Aufheizung des Altöls bis auf 900<sup>0</sup> C möglich. Die Kraftpakete 2 bestehen jeweils aus einem Mikrowellengenerator 3 und einem ringförmigen Leiter 4, der das Crackrohr 1 polschuhartig umgibt und die Mikrowellen quer durch das Rohr 1 leitet. Das Innere des Crackrohres 1 ist frei von hineinragenden oder den Querschnitt verengenden Bauteilen. Unterhalb des Crackrohres 1 befindet

A 19 745

- 9 -

- sich ein sog. Vorwärmer 5 in Form eines üblichen Wärmetauschers bzw. eines mit Heizstäben versehenen Behälters. Der Vorwärmer 5 ist an das untere Ende des Crackrohres 1 dicht angeflanscht. Vom oberen Ende des Crackrohres führt ein Rohr 5 6 zu einem Zyklon 7, der mit dem aus dem Crackrohr entweichenden Dampf beschickt wird und zur Abscheidung von mitgerissenen flüssigen und festen Bestandteilen dient. Vom Zyklon führt ein weiteres Rohr 8 zu einer nichtdargestellten Fraktionierungseinrichtung, in der das erhaltene Produkt in gasförmige Bestandteile sowie Benzin und Diesel- bzw. Heizöl 10 aufgetrennt werden kann. Das untere Ende des Zyklons 7 ist mit einem Mischbehälter 9 verbunden, der als Vorratsbehälter für das durch ein Zuführungsrohr 10 eingeführte Altöl dient und gleichzeitig eine Durchmischung des durch den 15 Zyklon rückgeführten Materials mit der Altölbeschickung ermöglicht. Das untere Ende 11 des Mischbehälters 9 ist trichterförmig ausgebildet und weist einen verschließbaren Abfluß 12 für angesammelten Schlamm auf. Oberhalb des trichterförmigen Endes 11 führt ein Verbindungsrohr 13 vom Mischbehälter 9 zum Vorwärmer 5, so daß zwischen Crackrohr 1 und Mischbehälter 9 ein geschlossener Kreislauf vorliegt. Im Betrieb der Anlage sind sowohl das Crackrohr 1, als auch der Mischbehälter 9 bis zu deren oberen Ende mit flüssigem Öl beschickt, wogegen das darüber befindliche Rohr 6 und der 25 Zyklon 7 im wesentlichen mit dampfförmigen Kohlenwasserstoffen beschickt sind. Ein am Mischbehälter 9 angeordneter Niveaugeber 14 regelt die Höhe des Flüssigkeitsspiegels im Mischbehälter 9 und Crackrohr 1 durch Regelung des zufließenden Altöls.
- 30 Im Betrieb wird die Anlage kontinuierlich betrieben, wobei im Mischbehälter 9 etwa ein Volumenteil rückgeführtes Ma-

A 19 745

- 10 -

terial mit zwei Teilen neu zugeführtem Altöl vermischt werden. Dabei wird die Mischung durch die erhöhte Temperatur des rückgeführten Materials auf etwa 200° C gebracht. Die Fließgeschwindigkeit der Mischung ist im Mischbehälter 9 aufgrund  
5 seines relativ großen Querschnittes, der ein Mehrfaches von dem Querschnitt des Crackrohres beträgt, relativ gering, so daß sich Feststoffe am trichterförmigen Ende absetzen können. Die von groben Feststoffen im wesentlichen freie Mischung gelangt durch das Verbindungsrohr 13 in den Vorwärmer 5, in dem  
10 es auf ca. 300° C aufgewärmt wird und mit dieser Temperatur von unten her in das Crackrohr 1 eingeleitet wird. Dort wird es stufenweise durch die fünf Kraftpakete 2 auf eine Temperatur von 600° C aufgeheizt. Während dieser Zeit entweichen niedrigsiedende Bestandteile des Altöls, während gleichzeitig  
15 höhersiedende Bestandteile einer Crackreaktion unterworfen werden und ebenfalls dampfförmig entweichen. Im Rohr 6 und im Zyklon 7 kühlt der Dampf wiederum etwas ab, so daß das rückgeführte Material etwa mit einer Temperatur von ca. 550° C von oben her in den Mischbehälter 9 gelangt. Die gesamte Crackreaktion wird vorzugsweise im wesentlichen drucklos durchgeführt, wodurch der bauliche Aufwand sehr gering gehalten werden kann. Durch die Verwendung von Mikrowellen zum Aufheizen des Altöls auf die Cracktemperatur werden Ablagerungen von bitumenartigen Stoffen im Crackrohr im wesentlichen  
20 vermieden, so daß die Anlage über längere Zeit wartungsfrei laufen kann.

Das in Fig. 2 dargestellte Fließschema zeigt die weitere Behandlung des gecrackten Öles im Anschluß an den Zyklon 7. Das im Zyklon 7 von flüssigen und festen Bestandteilen befreite  
30 Produkt gelangt über die Leitung (8) in eine Fraktionskolonne 16 und zwar über deren als trichterförmiger Abschei-

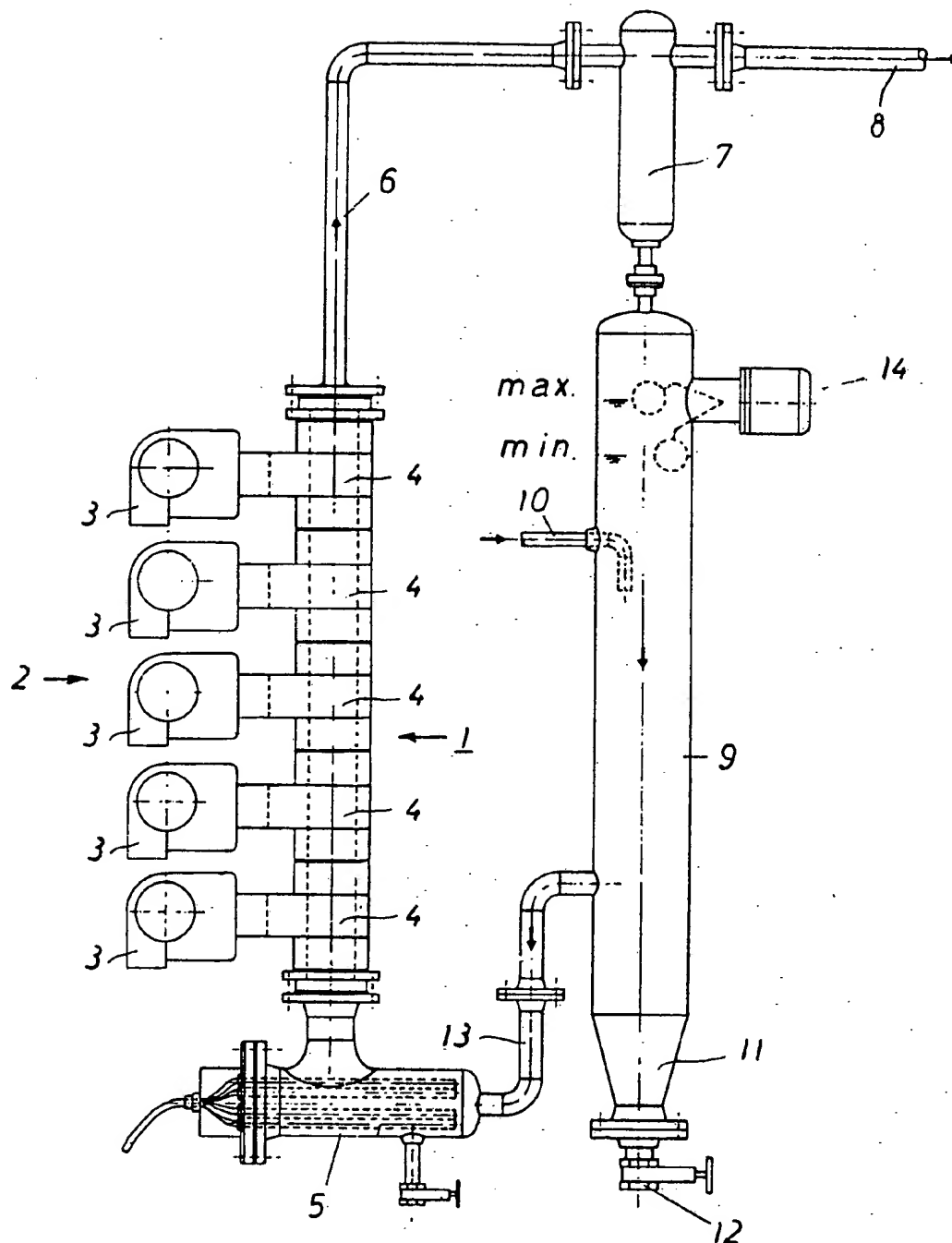
A 19 745

- 11 -

der ausgebildetes unteres Ende 17. In der Fraktionskolonne 16 werden drei Fraktionen aufgefangen und zwar ein gasförmiges Produkt in der obersten Leitung 18, ein benzinähnliches Produkt in der darunter liegenden Leitung 19 und ein dieselartiges Produkt in der Leitung 20. Diese drei Produkte werden getrennt voneinander in einem Kühler 21 gekühlt, der mit einem Kühlaggregat 22 verbunden ist. Danach gelangen die Produkte durch ihnen zugeordnete Wasserabscheider 23, 24 und 25. Das gasförmige Produkt wird danach unmittelbar zu Heizzwecken verwendet bzw. abgefackelt, wie dies bei 26 angedeutet ist.

5

10 Benzin und Dieselöl werden in getrennten Sammelbehältern 27 und 28 aufbewahrt und können vor dem Gebrauch mittels Pumpen 29 und 30 durch mechanische Filter 31 bzw. Kohlefilter 32 geleitet werden.



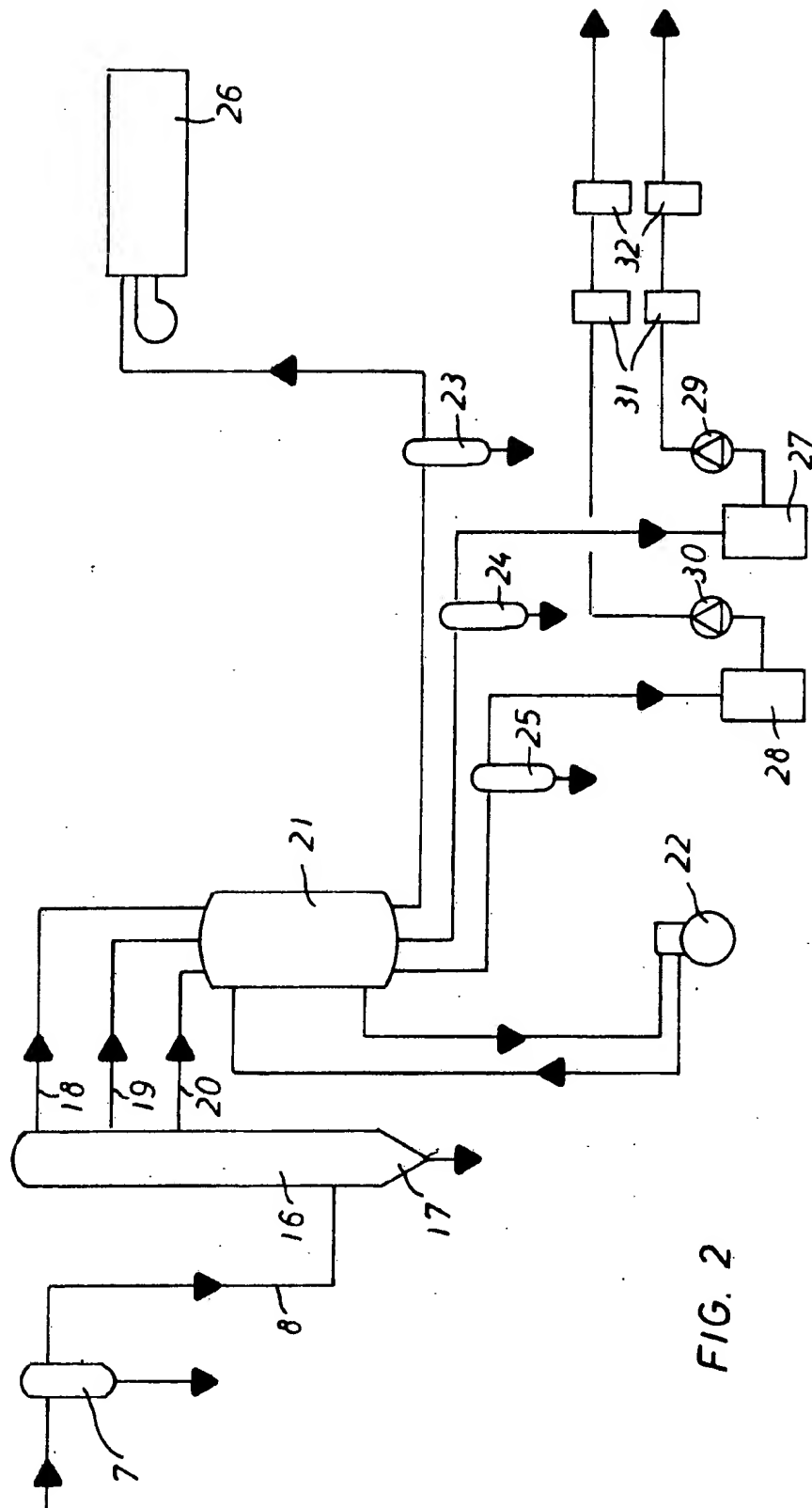


FIG. 2